

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
8. DEZEMBER 1928

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

Nr 469 288

KLASSE 22a GRUPPE 9

F 60020 IV/22a

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 22. November 1928

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M.*)

Verfahren zur Darstellung entwickelbarer Trisazofarbstoffe

Patentiert im Deutschen Reich vom 15. Oktober 1925 ab

Es wurde gefunden, daß man dadurch zu neuen grünen waschechten Baumwollfarbstoffen gelangt, daß man die sich von Acidylaminen bzw. Nitraminen und einer weiterdiazotierbaren Mittelkomponente ableitenden Aminoazokörper mit den eine außenständige Aminogruppe enthaltenden Derivaten einer Aminonaphtholsulfosäure, wie der 2,5-, 2,8- oder 1,8-Aminonaphtholsulfosäuren, kombiniert, 5 weiterdiazotiert und mit Methylketol bzw. Pyrazolonen oder ihren Derivaten vereinigt und die Acidylgruppe abspaltet bzw. die Nitrogruppe reduziert.

Je nach der Wahl des Aminoazokörpers und der Aminonaphtholkomponenten erhält man Farbtöne von tiefen dunklen bis zu sehr klaren grünen Nuancen und guter Lichtechtheit. Im Gegensatz zu den bisher bekannten entwickelbaren Grüns (vgl. z. B. die Patentschrift 273 934), die direkt blau anfärben und sich zu Grün entwickeln lassen, färben sie schon sofort ein klares Grün an und lassen sich mit β -Naphthol zu klaren grünen und echten Tönen entwickeln. Selbstverständlich lassen sich auch die anderen üblichen Entwickler, wie z. B. Pyrazolon, benutzen.

Beispiel 1

30 23 Gewichtsteile 4-Acetylamino-1-amino-benzol-2-sulfosäure werden mit Soda neutral

gelöst und bei 10° mit 30 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit diazotiert. Die Diazotierung läuft in einer mit Acetat versetzte neutrale Lösung von 26,7 Gewichtsteilen 1,2-Aminonaphtholäthyläther-6-sulfosäure. Das isolierte und wieder ange-
schlammte Zwischenprodukt wird mit 25 Ge-
wichtsteilen 16%iger Natronlauge in das Na-
tronsalz übergeführt und bei etwa 15° mit 40 35 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit diazotiert. Das isolierte Diazotierungsprodukt wird bei 0° konzentriert mit 30,5 Gewichtsteilen p-Aminobenzoyl-2-
amino-5-naphthol-7-sulfosäure gekuppelt. Der 45 Disazofarbstoff wird sorgfältig isoliert, erneut angerührt und wiederum mit 69 Gewichts-
teilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit diazotiert und mit 13,0 Gewichtsteilen 50 Methylphenylpyrazolon sodaalkalisch gekup-
pelt. Durch Erhitzen in schwach alkalischer oder saurer Lösung wird die Acetylgruppe abgespalten und der fertige Farbstoff in üb-
licher Weise isoliert. Er färbt direkt ein, sehr klares Grün, das mit β -Naphthol oder 55 Methylphenylpyrazolon entwickelt ein klares Grün bleibt.

Beispiel 2

Der wie in Beispiel 1 aus 23 Gewichts- 60 teilen Acetylaminoanilin-2-sulfosäure und 26,7 Gewichtsteilen 1,2-Aminonaphtholäthyläther-

* Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Ernst Fellmer in Leverkusen b. Köln a. Rh.

6-sulfosäure gekuppelte und weiterdiazotierte Monoazofarbstoff wird ganz konzentriert bei 0° bei schwacher ammoniakalkalischer Reaktion mit 30,5 Gewichtsteilen p-Aminobenzoyl-
 5 2-amino-8-naphthol-6-sulfosäure gekuppelt. Der mit Salz isolierte Farbstoff wird mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit bei etwa 15° diazotiert und sauer mit 10,0 Gewichtsteilen Methylketol
 10 kombiniert. Die Acetylgruppe wird schwach sauer oder alkalisch durch Erhitzen abgespalten und dann der Farbstoff sodaalkalisch wie üblich isoliert. Er färbt direkt ein Grün, mit β-Naphthol entwickelt ein Schwarzgrün,
 15 mit Pyrazolon ein Tiefgrün.

Beispiel 3

28 Gewichtsteile 1,4-Acetyl naphthylendiamin-6-sulfosäure werden mit Soda neutral
 20 gelöst und mit 30 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit bei etwa 15° diazotiert und essigsauer mit einer Lösung von 22,3 Gewichtsteilen 1,6-Naphthylamin-sulfosäure gekuppelt. Bei Zimmertemperatur wird mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und mit einer Lösung von 35,8 Gewichtsteilen p-Aminobenzoyl-1-amino-8-naphthol-4-sulfosäure sodaalkalisch gekuppelt. Der ausgesalzene Farbstoff wird wieder angerührt und bei 18° mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und sodaalkalisch mit 17,4 Gewichtsteilen Methylphenylpyrazolon vereinigt. Durch Erhitzen des isolierten Farbstoffs in schwach saurer oder alkalischer Lösung wird die Acetylgruppe abgespalten und der Farbstoff wie üblich isoliert. Er färbt direkt ein Grün, das auch beim Entwickeln mit
 40 β-Naphthol und Pyrazolon bleibt.

Beispiel 4

26 Gewichtsteile 4-Oxylamino-1-amin-3-sulfosäure werden mit Soda neutral gelöst
 45 und bei 10° mit 30 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit diazotiert und mit einer sauren Lösung von 18,7 Gewichtsteilen Aminonaphtholäther vereinigt und mit Acetatlösung die congosauer Reaktion
 50 abgestumpft. Der congosauer isolierte Aminoazokörper wird mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und die isolierte Diazotierung konzentriert bei 0° in schwach ammoniakalischer

Lösung mit 30 Gewichtsteilen Aminophenyl-2-naphthimidazol-5-oxy-7-sulfosäure gekuppelt. Der isolierte Farbstoff wird bei gewöhnlicher Temperatur mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und mit 10 Gewichtsteilen Methylketol gekuppelt. Die Oxarylgruppe wird in analoger Weise abgespalten und der Farbstoff wie üblich sodaalkalisch isoliert. Er färbt direkt ein blaustrichiges Grün, nach dem Entwickeln mit β-Naphthol ein grau-strichiges Grün und nach dem Entwickeln mit Pyrazolon ein Grün.

An Stelle der in Beispiel 1 genannten Acetyl-p-phenylen diaminsulfosäure können auch andere acetylierte p-Phenylen- oder Naphthylendiamine sowie ihre Halogen-, Oxalkyl-, Sulfo- oder Carbonsäurederivate verwandt werden.

Als Mittelkomponente eignen sich besonders Aminokresoläther, α-Naphthylamin, 1-Naphthylamin-6- oder 7-sulfosäure, 1,5-Aminonaphthol-7-sulfosäure, 1,2-Aminonaphtholäther und deren Sulfosäuren, mit der Maßgabe, daß die Diazotierungskomponenten der Naphthalinreihe besser mit α-Naphthylamin und seinen Derivaten, die der Benzolreihe besser mit den Aminokresol- bzw. -naphtholäthern kombiniert werden.

An Stelle der Aminobenzoyl-2-amino-5-naphthol-7-sulfosäure können andere Derivate mit außenständiger Aminogruppe der 2,5-, 2,8- oder 1,8-Aminonaphtholmono- oder disulfosäuren verwandt werden, wie z. B. Aminobenzoyl-, Aminophenyl naphthimidazol-, Aminophenyl naphthothiazolderivate der genannten Aminonaphtholsulfosäuren.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung entwickelbarer Trisazofarbstoffe, darin bestehend, daß man die sich von Nitro- bzw. Acidyl-p-diaminen oder ihren Derivaten und einer weiterdiazotierbaren Mittelkomponente ableitenden Aminoazokörper mit einem eine außenständige Aminogruppe enthaltenden Derivat einer Aminonaphtholsulfosäure kombiniert, die erhältlichen Disazofarbstoffe weiterdiazotiert und mit Methylketol bzw. Methylphenylpyrazolon oder ihren Derivaten kuppelt und die Acidylgruppe der Anfangskomponente abspaltet bzw. die Nitrogruppe reduziert.